

Prüfung flüssiger Brennstoffe
**Bestimmung des Wasserabscheidevermögens
 von Flug-Turbinenkraftstoffen**
 mit dem transportablen Mikroseparator (MSEP-Verfahren)

DIN
51 403
 Teil 2

Testing of liquid fuels; determination of water separation characteristics of aviation turbine fuels using the transportable microseparator (MSEP method)

Essais de combustibles liquides; détermination des caractéristiques de séparation d'eau des carburants aviation pour turbines par microséparomètre portable (méthode MSEP)

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Flug-Turbinenkraftstoffe (im folgenden kurz Kraftstoff genannt).

2 Zweck

Diese Norm beschreibt ein Schnellverfahren zur Bestimmung des Wasserabscheidevermögens von Kraftstoffen. Mit einem transportablen Mikroseparator für Labor- und Felduntersuchung wird die Fähigkeit eines Kraftstoffes geprüft, eingetragenes oder emulgiertes Wasser beim Durchtritt durch einen Coaleszer aus Fiberglas abzuscheiden.

Die Untersuchung ermöglicht den Nachweis von grenzflächenaktiven Substanzen in Kraftstoffen. Wie beim Verfahren nach DIN 51 403 können Spuren von Verunreinigungen durch grenzflächenaktive Stoffe im Kraftstoff entdeckt werden. Ebenso kann die Zugabe von oder die Verunreinigung mit grenzflächenaktiven Substanzen des Kraftstoffs während des Transports, beim Be- und Entladen von der Produktion bis zum Endverbraucher kontrolliert werden. Einige dieser Substanzen beeinträchtigen das Wasserabscheidevermögen der Filterwasserabscheider. Die Ergebnisse nach diesem MSEP-Verfahren können zahlenmäßig von dem Verfahren nach DIN 51 403 (WSIM-Verfahren) abweichen.

3 Begriff

Mikroseparator

Das Mikroseparator (MSEP) gibt in einer numerischen Werteskala das Abscheidevermögen von emulgiertem Wasser aus dem Kraftstoff durch einen Coaleszer an.

Das MSEP wird durch grenzflächenaktive Substanzen beeinflusst (bestimmte Additive können zu Fehlmessungen führen). Die Skaleneinteilung geht von 0 bis 100 (MSEP-Werte). Je höher der Skalenwert ist, desto besser ist das Wasserabscheidevermögen.

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Kraftstoffprobe wird in einer Spritze mit Wasser unter Verwendung des Hochgeschwindigkeits-Rührers emulgiert. Die Emulsion wird aus der Spritze durch einen Standard-fiberglas-Coaleszer mit einer konstanten Fließrate gedrückt. Das auslaufende Produkt wird dann auf nicht abgeschiedenes Wasser über eine optische Transmissionsmessung geprüft. Das Ergebnis wird von 0 bis 100 von einer Skala abgelesen und in ganzen Zahlen als MSEP-Wert angegeben. Dabei zeigt ein hoher Wert an, daß das Wasser aus dem Kraftstoff leicht abzuscheiden und daher der Kraftstoff weitgehend frei von grenzflächenaktiven Substanzen ist. Die Prüfung kann in 5 bis 10 min durchgeführt werden. Durch Verwendung von Einwegverbrauchsteilen entfällt die Reinigung.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Wasserabscheidevermögens von Flug-Turbinenkraftstoffen mit dem Mikroseparator (MSEP):

Prüfung DIN 51 403 – MSEP

6 Gerät

– Übliche Laborgeräte

– Mikroseparator (MSEP) ¹⁾

Das Mikroseparator ist ein tragbares, vom Stromanschluß unabhängiges Gerät, das mit wiederaufladbaren Batterien arbeitet. Ebenfalls kann es durch Kabelanschluß an Wechselstromnetze mit verschiedenen Spannungen betrieben werden. Dabei werden die Batterien aufgeladen. Das Gerät enthält ein Turbidimeter, das aus der Halterung für das Prüfröhrchen, einer Lichtquelle und einer Photozelle besteht. Die für die Prüfung notwendigen Teile sind:

- 50-ml-Einmalspritze aus Kunststoff mit Zylinder, Kolben und Spritzenverschluß. Dazu ist ein Hilfsdraht zur Entfernung der Luft bei Einführung des Spritzenkolbens notwendig.
- Vorkalibrierte Einmal-Coaleszer-Zelle aus Kunststoff (Plasticel-Coaleszer) oder aus Aluminium (Alumicel-Coaleszer), die mit einem spitz zulaufenden Ende ausgerüstet ist, in das die Spritzenspitze paßt.
- Automatische Handpipette mit einer Einmal-Kunststoffspitze.
- Prüfröhrchen, die für den korrekten Einsatz im Turbidimeter gekennzeichnet sind.

Die für die Prüfung notwendigen Teile sowie das Verbrauchsmaterial für sechs Prüfungen können im Deckel mitgeführt werden.

7 Chemikalien

– Wasser, destilliert oder entmineralisiert, frei von grenzflächenaktiven Substanzen

– Referenz-Kraftstoff

Ein Kohlenwasserstoff, der frei von grenzflächenaktiven Substanzen ist und nach dem Verfahren nach DIN 51 403, Ausgabe Mai 1976, Anhang A, hergestellt wird. Statt „Chloroform“ wird jedoch „1.1.1.-Trichlorethan“ verwendet. Das Verfahren ergibt ein Filtrat mit einem MSEP-Wert von 100.

– Dispergiermittel

Lösung von 1 mg festem wasserfreiem Dioctylnatriumsulfosuccinat (Bi(2-ethylhexyl)-natriumsulfosuccinat) in 1 ml Toluol.

1) Über Bezugsquellen gibt Auskunft:

DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Burggrafenstraße 6, 1000 Berlin 30.

Fortsetzung Seite 2 bis 5

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

- Referenz-Flüssigkeiten

Lösungen unterschiedlicher Volumenkonzentrationen (bis 1,2 ml/l) des Dispergiermittels in dem Referenz-Kraftstoff. Die MSEP-Werte in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration ersieht man für Jet A-1 aus Tabelle 1 und für Jet B aus Tabelle 2 (siehe ASTM D 1655-85a). Die Referenz-Flüssigkeit soll nach Abschnitt 10 getestet werden. Wenn die Ergebnisse nicht in dem Skalenbereich der Tabellen 1 oder 2 liegen, sind sie zu verwerfen. Es muß die Prüfung mit einer Lösung aus neuen Chemikalien wiederholt werden. Ergibt die Überprüfung wiederum Werte außerhalb der Grenze, dann muß das Gerät kalibriert werden.

Die Referenz-Flüssigkeit muß durch Zugabe des Dispergiermittels zu mindestens 1 l des Referenz-Kraftstoffes in einem geeichten Meßkolben hergestellt werden.

Anmerkung 1: Wird ein neuer oder gereinigter Meßkolben verwendet, können die Additive an den Wänden adsorbiert und der gemessene MSEP-Wert dadurch signifikant erhöht werden. Um ein Gleichgewicht an der Oberfläche des Behälters zu erreichen, ist eine additierte Mischung 24 h in dem Gefäß aufzubewahren. Diese Mischung wird dann verworfen und das Gefäß mit einer frischen Mischung aufgefüllt.

Anmerkung 2: Für Felduntersuchungen ist es günstiger, als Dispergiermittel eine Lösung von 0,1 mg Dioctyl-natriumsulfosuccinat in 1 ml Toluol zu verwenden. 50 µl dieser Lösung werden mit der Mikropipette dem 50 ml Referenz-Kraftstoff in der Spritze zugesetzt. Jede Zugabe von 50 µl dieser Dispergiermittel-Lösung entspricht dann 0,1 ml Dispergiermittel in 1 l Referenz-Kraftstoff.

8 Vorbereitung des Gerätes

8.1 Das Mikroseparatorometer kann nur bei einer Temperatur zwischen 18 bis 29 °C betrieben werden. Bei der Prüfung darf sich die Temperatur um nicht mehr als ± 3 °C verändern.

8.2 Das Mikroseparatorometer ist nach der Anleitung des Herstellers in Betrieb zu nehmen.

8.3 Das Mikroseparatorometer wird vom Hersteller kalibriert. Die Kalibrierung für den Spritzenantrieb muß nach jeweils 50 Prüfungen überprüft werden. Sollte diese Zeit nicht innerhalb des Bereiches von (45 ± 2) s liegen, kann eine diesbezügliche Einstellung analog dem „Microseparatorometer Maintenance Manual“ erfolgen.

9 Vorbereitung der Probe

9.1 Die Probe darf vor der Prüfung nicht filtriert werden. Das Filtermedium kann Bestandteile entfernen, dessen Nachweis Sinn dieses Verfahrens ist.

9.2 Wenn die Probe ungelöste Verunreinigungen aufweist, muß man sie vor der Messung absetzen lassen.

9.3 Bei der Vorbereitung der Probe ist besondere Sorgfalt und Sauberkeit erforderlich, um Verunreinigung mit grenzflächenaktiven Stoffen zu vermeiden.

9.4 Liegt die Temperatur der Probe nicht innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen nach Abschnitt 8.1, so muß die Probe auf diese Temperatur angeglichen werden.

10 Durchführung

10.1 Aus der 50-ml-Einmalspritze wird der Kolben herausgezogen und der Spritzenauslauf mit einem Stopfen verschlossen, etwa 50 ml des zu prüfenden Kraftstoffes werden eingefüllt, die Spritze auf den Emulgator aufgesetzt und bis zum Einrasten gedreht. Daraufhin wird die Taste

„Start“ gedrückt. Hierdurch wird die Spritze automatisch 30 s gereinigt und dann anschließend in ihre Position „Up“ angehoben.

10.2 Etwa 15 bis 20 ml des zu prüfenden Kraftstoffes werden in ein sauberes Prüfröhrchen eingefüllt und dieses in das Turbidimeter eingesetzt. Die schwarze Marke auf dem Prüfröhrchen wird auf die weiße Linie im Steuerfeld eingestellt.

10.3 Danach wird die Spritze aus dem Emulgator herausgenommen und der Kraftstoff entleert, noch einmal mit Kraftstoff gut durchgespült und genau 50 ml des zu prüfenden Kraftstoffes eingefüllt.

10.4 50 µl destilliertes Wasser werden mit Hilfe einer Kolbenpipette (neue Spitze) zur Kraftstoffprobe hinzugegeben. Die Spitze der Kolbenpipette in der Mitte der Spritze wird etwas unter die Kraftstoffoberfläche eingetaucht, damit die Wassertropfen sich gut von der Spritze ablösen, sich verteilen und auf den Boden sinken.

10.5 Die Spritze wird anschließend auf den Emulgator aufgesetzt und bis zum Einrasten gedreht.

10.6 Sobald die Spritze fest eingesetzt ist, wird der automatische Programmablauf gestartet, z. B. durch die Taste „Start“, wie er bei den einzelnen Gerätetypen beschrieben ist.

10.7 Das Programm läuft von da an automatisch ab. Erforderlichenfalls kann der automatische Programmablauf unterbrochen und die Anfangsbedingung für eine neue Bestimmung eingestellt werden, z. B. durch die Taste „Reset“. Anmerkung: **Achtung!** Die Spritze ist so zu handhaben, daß ihre Erwärmung durch Handwärme äußerst gering ist.

10.8 Während der ersten 10 s des automatischen Programmes nach dem akustischen Signal ist die Meßwertanzeige des Turbidimeters auf den MSEP-Wert 100 zu stellen (siehe Abschnitt 10.2), z. B. mit dem Meter-Knopf.

10.9 Nach der Emulgierzeit wird die Spritze vom Emulgator genommen und der Kolben mit Hilfe des Drahtes eingesetzt. Der Stopfen wird von der Spritzenspitze genommen und durch den Plasticel- oder Alumicel-Coaleszer ersetzt. Die gesamte Einheit wird dann in den Spritzenantrieb eingesetzt. Ein Auffangbehälter soll unter den Alumicel-Coaleszer gestellt werden, um den Teil der Kraftstoffprobe, der nicht zur Prüfung benötigt wird, aufzufangen.

Anmerkung: **Warnung:** Bei Verwendung des Alumicel-Coaleszers muß dieser elektrisch leitend mit dem Mikroseparatorometer verbunden werden, um eine elektrostatische Aufladung zu vermeiden, die zur Zündung der brennbaren Prüfflüssigkeiten führen kann. Ein Verbindungskabel wird bei einigen transportablen Mikroseparatorometern mitgeliefert.

10.10 Die Abwärtsbewegung der Spritze zur Durchführung des Coaleszer-Vorgangs beginnt verzögert, um Zeit für eine gegebenenfalls notwendige zweite Einstellung des Meter-Knopfes des Turbidimeters zu lassen (siehe Abschnitt 10.8). Danach wird das Prüfröhrchen mit dem Kraftstoff aus dem Turbidimeter herausgenommen und entleert. In demselben Prüfröhrchen werden die letzten 15 ml, die aus der Spritze durch den Coaleszer fließen, aufgefangen.

10.11 Das Prüfröhrchen wird in das Turbidimeter eingesetzt und in die gekennzeichnete Stellung gedreht. Nach 1 min zeigt das Gerät durch ein akustisches Signal an, daß die Absetzzeit für gegebenenfalls vorhandene große Wassertropfen vorüber ist und mißt automatisch die Transmission in MSEP-Werten.

10.12 Innerhalb von 10 s müssen die Skalenwerte abgelesen und festgehalten werden, da das Gerät danach abschaltet.